REST AVAILABLE COPY

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2004-217804

(43)Date of publication of application: 05.08.2004

(51)Int.CI.

CO8L 21/00 CO8L 91/00

(21)Application number: 2003-007596

(71)Applicant:

IDEMITSU KOSAN CO LTD

(22)Date of filing:

15.01.2003

(72)Inventor:

TEJIMA KAZUHIRO

TANAKA AKIJI

(54) SOFTENER FOR RUBBER AND RUBBER COMPOSITION

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a softener for rubber having high safety, excellent affinity with a rubber component, economical efficiency and handleability, and a rubber composition.

SOLUTION: This softener for rubber is compounded of a crude oil vacuum distillation residual oil having a viscosity specific gravity constant of 0.800-0.875 and a penetration degree (1/10 mm) at 25° C of ≥300. Preferably, the softener comprises the vacuum distillation residual oil of 30-80 mass% and a mineral oil of 20-70 mass% having a DMSO extract content by the IP346/92 method of less than 3 mass%, a flash point of ≥200° C and an aniline point of ≤100° C. The rubber composition comprises the softener of 10-25 mass% based on the total of the rubber composition.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

05.08.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3626165

[Date of registration]

10.12.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2004-217804 (P2004-217804A)

(43) 公開日 平成16年8月5日(2004.8.5)

(51) Int.C1.7

CO8L 21/00 CO8L 91/00 FΙ

CO8L 21/00 CO8L 91/00 テーマコード (参考)

4J002

審査請求 未請求 請求項の数 6 〇L (全 13 頁)

(21) 出願番号 (22) 出願日

特願2003-7596 (P2003-7596)

平成15年1月15日 (2003.1.15)

(71) 出願人 000183646

出光與産株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

(74) 代理人 100086759

弁理士 渡辺 喜平

(72) 発明者 手島 一裕

千葉県市原市姉崎海岸24番地4

(72) 発明者 田中 明示

千葉県市原市姉崎海岸24番地4

Fターム(参考) 4J002 AC001 AC011 AC021 AC031 AC081 ACO91 AEO02 BB151 FD01 FD022

GMO1 GNO1

(54) 【発明の名称】ゴム用軟化剤及びゴム組成物

(57)【要約】

【課題】安全性が高く、ゴム成分との親和性、経済性、取扱作業性に優れたゴム用軟化剤 及びゴム組成物を提供する。

【解決手段】粘度比重恒数が0.800~0.875で、25℃における針入度(1/1 0 mm) が300以上である原油の減圧蒸留残渣油を配合したゴム用軟化剤。好ましくは 、ゴム用軟化剤は、上記の減圧蒸留残渣油30~80質量%と、IP346/92法によ るDMSO抽出物の含有量が3質量%未満で、引火点が200℃以上で、アニリン点が1 00℃以下である鉱油20~70質量%とを含む。また、ゴム組成物全体基準で、ゴムに 、このゴム用軟化剤を10~25質量%配合してなるゴム組成物。

【選択図】

なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

粘度比重恒数が 0.800~0.875で、25℃における針入度(1/10 mm)が300以上である原油の減圧蒸留残渣油を配合したゴム用軟化剤。

【請求項2】

前記減圧蒸留残渣油30~80質量%と、

I P 3 4 6 / 9 2 法による D M S O 抽出物の含有量が 3 質量%未満で、引火点が 2 0 0 ℃ 以上で、アニリン点が 1 0 0 ℃以下である鉱油 2 0 ~ 7 0 質量%と

を含む請求項1に記載のゴム用軟化剤。

【請求項3】

ASTM E1687による変異原性指数が1.0未満である請求項1又は2に記載のゴム用軟化剤。

【請求項4】

100℃における動粘度が50~80mm²/sである請求項1~3のいずれか一項に記載のゴム用軟化剤。

【請求項5】

ゴム組成物全体基準で、ゴムに、請求項1~4のいずれか一項に記載のゴム用軟化剤を10~25質量%配合してなるゴム組成物。

【請求項6】

前記ゴムの50質量%以上が、スチレンーブタジエンゴム又は天然ゴムである請求項5に 記載のゴム組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、ゴム用軟化剤及びゴム組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】

従来、タイヤ用トレッドゴム組成物には、天然ゴム及びジエン系ゴムが用いられ、同時に、これらのゴムと親和性が良い高芳香族系のプロセス油が軟化剤として用いられてきた。しかし、この高芳香族系のプロセス油は、IP346/92法によるDMSO抽出物である多環芳香族化合物の含有量(以下、PCA分という)が3質量%以上と多いため、発癌性を有する可能性があることが、1989年よりEU指令で勧告されている。従って、このようなプロセス油を用いることは、安全性の面からは好ましくない。

一方、PCA分が3質量%未満のパラフィン系及びナフテン系プロセス油を配合すると、これらは、ゴム成分との親和性が悪いため、オイルブリードが発生したり、また、ブリードは発生しないが、ゴム物性が大きく低下してしまうという問題があった。

[0003]

そこで、このような問題を解決するため、従来の高芳香族系のプロセス油を特殊処理(例えば、溶剤抽出又は水素化処理)した、 P C A 分が 3 質量%未満であり、かつ、安全性が高く、ゴム成分との親和性にも優れた軟化剤が望まれており、多くの検討がなされている

例えば、発癌性を示さない(PCA分が3質量%未満)芳香族系油が開示されている(例えば、特許文献1-5参照)。しかし、いずれも高芳香族系油を複数回溶剤抽出又は水素化処理したり、減圧蒸留残渣油の脱歴処理及び溶剤抽出等の処理による工夫がなされているが、精製工程における収率が低く、経済性が悪化する結果となっている。

また、アスファルトを混合したゴム用軟化剤が開示されている(例えば、特許文献 6 及び 7 参照)。しかし、いずれもストレートアスファルトが使用されており、粘稠で取り扱いが困難である。また、安全性に関しても、従来の高芳香族系油を混合しているため、発癌性の問題については、依然として解決されていない状況である。

[0004]

10

20

30

10

20

30

40

【特許文献1】

特開平6-505524号公報

【特許文献2】

特開平11-80434号公報

【特許文献3】

特開2002-3861号公報

【特許文献4】

欧州特許第417980号明細書

【特許文献 5】

米国特許第5178750号明細書

【特許文献6】

特開平11-302459号公報

【特許文献7】

特開2001-2831号公報

[0005]

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記事情に鑑みなされたものであり、安全性が高く、ゴム成分との親和性、経済性、取扱作業性に優れたゴム用軟化剤及びゴム組成物を提供することを目的とする。

本発明者らは、上記目的を達成するため、鋭意研究を行った結果、特定の減圧蒸留残渣油及び鉱油を組み合わせて使用することが有効であることを見出し、本発明を完成させた。

[0006]

【課題を解決するための手段】

本発明の第一の態様によれば、粘度比重恒数が $0.800\sim0.875$ で、25%における針入度(1/10mm)が 300以上である原油の減圧蒸留残渣油を配合したゴム用軟化剤が提供される。

[0007]

本発明の第二の態様によれば、ゴム組成物全体基準で、ゴムに、上記のゴム用軟化剤を10~25質量%配合してなるゴム組成物が提供される。

[0008]

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

まず、本発明のゴム用軟化剤について説明する。

本発明のゴム用軟化剤には、粘度比重恒数が0.800~0.875で、25℃における針入度(1/10mm)が300以上である原油の減圧蒸留残渣油が配合される。ここで、減圧蒸留残渣油とは、各種原油の常圧残渣油を減圧蒸留した残渣油を意味する。

[0009]

減圧蒸留残渣油の粘度比重恒数が 0.800~0.875であると、軟化剤に調製した際に、ゴムとの親和性が良く、加硫ゴムにおいてブリードが発生せず、ゴム物性も低下しない。粘度比重恒数は、好ましくは 0.830~0.875である。

[0010]

この粘度比重恒数は、減圧蒸留残渣油の組成及び分子量と大きな関係があり、ゴムとの親 和性の目安となることを意味している。

粘度比重恒数は、ASTM D2501~91に準ずる下記式(1)から求めることができる。

【数1】

V. G.
$$C = \frac{G - 0.108 - 0.12551 \circ g (V' - 0.8)}{0.9 - 0.0971 \circ g (V' - 0.8)}$$
 (1)

[式中、V.G.Cは粘度比重恒数を示し、Gは15℃における密度(g/ml)を示し

10

20

40

50

、 V' は 1 0 0 ℃における動粘度 (m m² / s) を示す。]

[0011]

[0012]

本発明で使用する減圧蒸留残渣油については、粘度比重恒数及び針入度が上記範囲内であれば特に制限されないが、ナフテン基原油の減圧蒸留残渣油が好ましい。尚、粘度比重恒数及び針入度は、主に原油を選択又は混合することにより適宜調整することができる。また、本発明で使用する減圧蒸留残渣油は、100℃における動粘度が、好ましくは200~800cstであり、より好ましくは200~700cstである。

このような減圧蒸留残渣油は、発癌性を示さない。また、このような減圧蒸留残渣油を鉱油に配合したゴム用軟化剤を含むゴム組成物は、ブリードが発生せず、また、ゴム物性(例えば、引張応力等)にも優れる。

[0013]

本発明のゴム用軟化剤は、上記の減圧蒸留残渣油を、好ましくは30~80質量%、より好ましくは40~60質量%、IP346/92法によるDMSO抽出物の含有量(PCA分)が3質量%未満で、引火点が200℃以上で、アニリン点が100℃以下である鉱油を、好ましくは20~70質量%、より好ましくは40~60質量%含む。

[0014]

本発明のゴム用軟化剤に配合される減圧蒸留残渣油と混合する鉱油については、そのPCA分が3質量%未満であると、軟化剤全体として発癌性を示す可能性が低くなる。PCA分は、好ましくは2.8%未満である。

[0015]

鉱油の引火点が200℃以上であると、ゴム加工時のオイル蒸気による作業環境の悪化を 抑制でき、また、ゴム物性をより向上させることができる。引火点は、好ましくは220 ℃以上である。

[0016]

鉱油のアニリン点が100℃以下であると、ブリードが発生せず、また、ゴム物性をより 向上させることができる。アニリン点は、好ましくは97℃以下である。

[0017]

減圧蒸留残渣油及び鉱油の配合量が上記範囲内であると、ゴム物性をより向上させることができる。減圧蒸留残渣油の配合量は、特に好ましくは50~60質量%である。また、鉱油の配合量は、特に好ましくは40~50質量%である。

[0018]

本発明では、上記の各性状を有する鉱油として、各種原油の常圧蒸留、減圧蒸留、脱歴工程等により得られた留分を溶剤精製、水素化精製、又は水素化分解等の各工程、さらに必要に応じて脱ろう工程により精製したものを適宜選択して使用することができる。

[0019]

本発明のゴム用軟化剤は、好ましくは、ASTM E1687による変異原性指数(MI値)が1.0未満であり、より好ましくは0.8未満である。MI値が1.0未満であると、発癌性を有する可能性が低くなる。

[0020]

本発明のゴム用軟化剤は、好ましくは、100℃における動粘度が50~80mm²/sであり、より好ましくは50~70mm²/sである。動粘度が50~80mm²/sであると、ゴム物性をより向上させることができ、また、粘度も過度に高過ぎないため、軟化剤を取り扱う上で、ハンドリング性が良く、ゴム練り作業を容易に行うことができる。【0021】

本発明のゴム用軟化剤には、その目的を損なわない範囲において、酸化防止剤、可塑剤等

の添加剤をさらに加えることができる。

[0022]

本発明のゴム用軟化剤の製造方法は特に制限されず、上記の減圧蒸留残渣油及び鉱油を、公知の方法、例えば、加熱混合等で混合する方法により製造することができる。

[0023]

本発明のゴム用軟化剤は、上記の性状を有する減圧蒸留残渣油及び鉱油を組み合わせて使用するため、安全性が高く(発癌性の可能性が低く)、ゴム成分との親和性にも優れ、ゴム物性も向上する。また、精製工程において特殊な抽出処理を必要としないため、経済性に優れている。さらに、取扱作業性(ハンドリング性)にも優れている。

[0024]

次に、本発明のゴム組成物について説明する。

本発明のゴム組成物は、ゴム組成物全体基準で、ゴムに、上記のゴム用軟化剤を10~25質量%、好ましくは15~25質量%配合したものである。軟化剤の配合量が10~25質量%であると、軟化効果及びゴム物性をより向上させることができる。

[0025]

本発明のゴム組成物に使用するゴムは特に制限されず、天然ゴム又は合成ゴムのいずれでもよい。合成ゴムとしては、例えば、スチレンーブタジエンゴム(SBR)、スチレンークロロプレンゴム(SCR)、スチレンーイソプレンゴム(SIR)、イソブチレンーイソプレンゴム(IIR)、エチレンープロピレンゴム(EPR)、エチレンープロピレンージエンモノマー(EPDM)等が挙げられる。これらのうち、SBR、SCR、SIR等の芳香族ゴム、又は天然ゴムが好ましく、特に、SBR又は天然ゴムを50質量%以上含むゴムが好ましい。

[0026]

本発明のゴム組成物には、その目的を損なわない範囲において、カーボンブラック、シリカ等の補強剤、ステアリン酸、ラウリン酸等の分散剤、硫黄、過酸化物等の加硫剤、亜鉛華、炭酸亜鉛等の加硫促進剤、劣化防止剤等の添加剤をさらに加えることができる。

[0027]

本発明のゴム組成物の製造方法は特に制限されず、上記のゴム用軟化剤及びゴムを、公知の方法、例えば、バンバリーミキサー、二本ロール、加硫プレス等で、混合、ゴム練り、加硫する方法により製造することができる。

[0028]

本発明のゴム組成物は、上記のゴム用軟化剤を配合しているため、初期のゴム物性 (常態物性) が高く、また、ブリード性にも優れている。

[0029]

このようなゴム組成物は、タイヤ用トレッド、ベルト等の用途において好適に使用することができる。

[0030]

【実施例】

以下、本発明の実施例を説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

尚、減圧蒸留残渣油、鉱油、ゴム用軟化剤及びゴム組成物の性状及び物性は、以下の方法により求めた。

(1) 動粘度

100℃の温度条件で、JIS K2283-1993に準拠して測定した。

(2) 粘度比重恒数 (V.G.C)

上記式(1)から求めた。

(3)引火点(C.O.C)

JIS K2265-1989 (クリープランド開放式) に準拠して測定した。

(4) アスファルテン分

石油学会規格 JPI-55-22-83に準拠して測定した。

10

20

30

40

10

20

- (5)針入度
- 25℃の温度条件で、JIS K2207-1990に準拠して測定した。
- (6) アニリン点
- JIS K2256-1985 (U字管法) に準拠して測定した。
- (7) PCA分
- IP346/92法に準拠して測定した。
- (8) 変異原性指数 (M I 值)
- ASTM E1687に準拠して測定した。
- (9)硬さ
- JIS K2653-1993 (タイプΑデュロメータ法) に準拠して測定した。

(10)伸び

- JIS K2651-1993に準拠して測定した。
- (11)引張応力
- JIS K2651-1993に準拠して測定した。
- (12)引張強さ
- JIS K2651-1993に準拠して測定した。
- [0031]

実施例1~8、比較例1~3

[ゴム用軟化剤の調製及び評価]

表1及び表2に示す性状を有する減圧蒸留残渣油A~E及び鉱油1~3を、表3及び表4に示す割合で混合し、ゴム用軟化剤を調製した。その性状及び評価を表3及び表4に示す

尚、安全性については、M I 値が 1 未満の場合を「 \bigcirc 」、 1 以上の場合を「 \times 」と評価した。

[0032]

【表1】

件状質目	旗圧蒸留	旗圧蒸留	减压蒸留	模压蒸留	旗圧蒸留
۲ ۲	残渣油A	残渣油B	残衛袖C	残渣油D	残渣油臣
密度@15℃ (g/m1)	0.9857	0.9830	0.9967	1.0165	0.9273
動粘度@100℃ (mm²/s)	252.5	0.029	338.7	852.3	128
V. G. C	0.865	0.834	0.873	0.878	0.798
引火点 C. O. C(で)	314	338	310	338	330
アスファルテン分 (wt%)	1.3	9.5	1.5	10.8	0.4
針入度@25℃(1/10mm)	300<	300<	300<	180	300<

減圧蒸留残渣油 A:オーストラリア産:ナフテン基原油(1)の減圧蒸留残渣油

減圧蒸留残渣油 B:中国産:ナフテン基原油の減圧蒸留残渣油

減圧蒸留残渣油 C:オーストラリア産:ナフテン基原油 (2)の減圧蒸留残渣油

減圧蒸留残渣油D:中東産:中間基原油の減圧蒸留残渣油

減圧蒸留残渣油 E:中国産:パラフィン基原油の減圧蒸留残渣油

[0033]

【表2】

1			
	紅油 1	鉱油2	鉱油3
(m 1)	0.9316	0.9260	1.0110
(mm ₂ /s)	22.14	5.336	58.04
(a) o	220	192	278
	96	72	44
	2.5	2.7	7.8

鉱油1:試作油(1) (ナフテン系高粘度油) 鉱油2:試作油(2) (ナフテン系低粘度油)

鉱油3:試作油(3)(高芳香族油)

【0034】 【表3】

実施例 実施例 実施例 6 7 8	65					65 35 —	- 40		0.9505 0.9668 0.9618	45.05 91.92 33.22	238 262 222	1	未満 1 未満 1 未満	0
東施例 第 5			20	1		20			0.9642 0	54.32 4	250		1 未確 1	0
実施例		40	1	ı	ı	90	1	1	0.9522	63.93	244		1未満	0
実施例 3	09	1	1	ı	ł	40	1	ı	0.9641	79.82	258		海米!	0
実施例 2	50	ı	1	1	1	20		ı	0.9587	63.16	248		1 未満	0
実施例	40	1	J	-	ı	90			0.9532	50.36	242		1 未満	0
	城 丘蒸留残渣油A	核圧蒸留残渣油B	様圧蒸留残査油 C	模圧蒸留残渣油 D	域圧蒸留残渣油豆	紅油 1	紅油2	鉱油3	密度@15℃(8/m1)	動粘度@100℃(mm2/s)	引火点 C. O. C(C)	PCA分(質量%)	MI值	安全性
			0 藤		(阿					L	<u> </u>	L S	L	

[0035]

【表4】

		比較例1	比較例2	比較例3
	减 圧蒸留残渣油A	1		
混人	模圧蒸留残渣 油B			
四氟	域圧蒸留残渣油 C	1		
√ □	核圧蒸留残渣油 D	40	1	
(E	域圧蒸留残渣油E		09	
₩%	鉱油1	09	40	
?)	鉱油2	1		
	鉱油3	-		100
	密度@15℃(g/m1)	9996 0	0.9290	1.0110
生状	動粘度@100℃ (mm²/s)	68 . 39	57.88	58.04
及 ;	引火点 C. O. C(で)	245	260	270
はは	P C A 分(質量%)			7.8
宦	MI值	1 未満	1末満	1以上
	安全性	0	0	×

[0036]

実施例 9 ~ 1 6、比較例 4 ~ 6

[ゴム組成物の調製及び評価]

実施例 1 ~ 8 及び比較例 1 ~ 3 で得られた軟化剤(配合剤▲ 5 ▼)を用い、表 5 に示すタイヤトレッド用 S B R 配合にて、以下のようにゴム練り及び加硫を行い、ゴム組成物を調製した。

[0037]

【表5】

配合剤	製造メーカー	品名	配合割合 (重量部)	
OSBR	日本合成ゴム	JSR1500	5 0	
USBIL	日本ゼオン	Nipo19550	5 0	
②カーボンブラック	旭カーボン	#70 (HAF)	5 0	
③亜鉛華3号	一般市販品	_	3	
④ステアリン酸	一般市販品		2	
⑤軟化剤	実施例1~	8、比較例1~3	4 0	
⑥硫黄	一般市販品	_	2	
⑦加硫促進剤	大内新興化学	ノクセラーC Z	1	

SBRは、スチレン比23.5%のJSR1500と、スチレン比46.0%のNipol9550を50:50とし、スチレン比を約35%に調整した。

[0038]

(ゴム練り)

バンバリーミキサーにて、配合剤 \triangle 1 ∇ を 1 分間練り、可塑化させた後、配合剤 \triangle 2 ∇ \triangle 5 ∇ を混合し、バンバリーミキサーで 4 分間素練りした。その後、二本ロールにて、配合剤 \triangle 6 ∇ 及び \triangle 7 ∇ を混合し、1 0 分間混練りし、未加硫ゴムを得た。 (加硫)

未加硫ゴムを、加硫プレスにて、145 \mathbb{C} 、60 分の条件で加硫し、厚さ2 m m のゴムシートを得た。

[0039]

得られたゴムシートからJIS3号ダンベル状試験片を作成し、加硫ゴムのゴム物性(常態物性)及びブリード発生の有無、並びにゴム練りの際の軟化剤のハンドリング性を評価した。結果を表6及び表7に示す。

尚、ゴム物性(硬さ、伸び、引張応力、引張強さ)については、比較例3の軟化剤(鉱油として高芳香族油を配合)を配合したゴム組成物(比較例6)の物性値を100として指数表示した。また、ゴム物性の総合評価については、各物性の指数が全て90%以上となる場合を「◎」、一つでも80%未満となる物性がある場合を「○」、一つでも80%未満となる物性がある場合を「×」と評価した。

ブリード発生の有無については、加硫後、室温放置3日後の試験片表面を目視観察し、ブリードが発生している場合を「有」、発生していない場合を「無」と評価した。

軟化剤のハンドリング性については、常温で他の配合剤と混合する際に手動操作をし易い 場合を「◎」、若干扱いにくい場合を「○」、扱いにくい場合を「×」と評価した。

[0040]

【表 6 】

20

30

		実施例							
		6	1.0	1 1	1.2	13	14	15	1 6
¥	海	東施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	夹施例
<u>भ</u>		1	2	3	4	വ	9	2	00
泵	ハンドリング性	0	0	0	0	0	0	0	0
7	硬さ(JISA)	100	100	001	001	100	100	100	96
1 4	伸び	100	102	801	101	102	68	105	06
检 车	引張応力 (M-300)	94	62	92	92	96	80	80	88
1	引張強さ	95	62	96	36	96	85	92	88
7 F	ゴム物性総合評価	0	0	0	٥	0	0	0	0
7	ブリードの発生	無	無	兼	無	#	兼	兼	兼

【0041】 【表7】

		比較例	比較例	比較例 6
軟化	種類	比較例	比較例 2	比較例
化剤	ハンドリング性	0	0	©
وب	硬さ (JIS A)	100	100	100
ゴム	伸び	105	86	100
物性	引張応力(M-300)	74	88	100
C#.	引張強さ	89	88	100
ゴム	物性総合評価	×	0	0
ブリ	ードの発生	無	有	無

[0042]

表 6 から、特に実施例 $1\sim 5$ の軟化剤を使用したゴム組成物(実施例 $9\sim 1$ 3)は、いずれも良好なゴム物性を示した。また、これらの軟化剤は、ハンドリング性にも優れていた

[0043]

【発明の効果】

本発明によれば、安全性が高く、ゴム成分との親和性、経済性、取扱作業性に優れたゴム用軟化剤及びゴム組成物が得られる。

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ PADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
Потиев.

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.